

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/001404

International filing date: 01 February 2005 (01.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2004-296542
Filing date: 08 October 2004 (08.10.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 24 February 2005 (24.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

PCT/IP2005/01404
03.2.2005

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 4 年 1 0 月 8 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 4 - 2 9 6 5 4 2
Application Number:

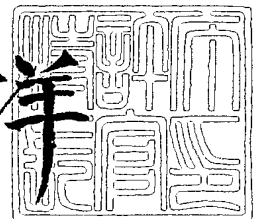
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 4 - 2 9 6 5 4 2]

出 願 人 出 光 興 産 株 式 有 限 公 司
Applicant(s):

2 0 0 5 年 1 月 2 0 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川 洋



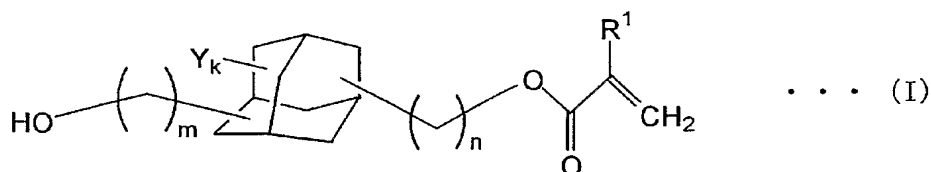
【書類名】 特許願
【整理番号】 IK13104
【提出日】 平成16年10月 8日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C07C 13/615
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 1 番地 1
 【氏名】 岡田 保也
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 1 番地 1
 【氏名】 畠山 直良
【特許出願人】
 【識別番号】 000183646
 【氏名又は名称】 出光興産株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100078732
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 大谷 保
【選任した代理人】
 【識別番号】 100081765
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 東平 正道
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 003171
 【納付金額】 16,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 要約書 1
 【包括委任状番号】 0000937
 【包括委任状番号】 0000761

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

一般式 (I)

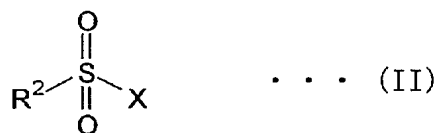
【化 1】



(式中、 R^1 は水素原子、メチル基又は CF_3 基、Yは炭素数1～10のアルキル基、ハロゲン原子、水酸基又は2つのYが一緒になって形成された $=\text{O}$ を示す。また、複数のYは同じでもよく、異なっているもよい。kは0～14の整数を示し、m、nは独立に、0～4の整数を示す。)

で表されるアダマンタン化合物と、一般式 (II)

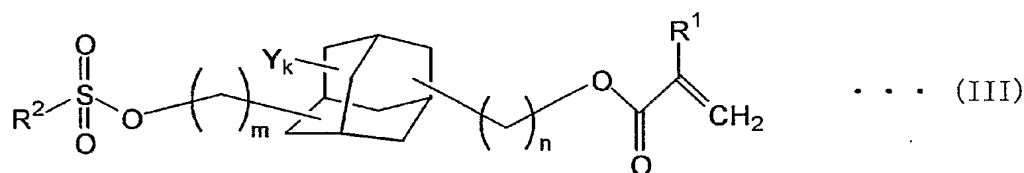
【化 2】



(式中、 R^2 は炭素数1～10のアルキル基、フェニル基、アルキルフェニル基、又は CF_3 基を示し、Xは水酸基又はハロゲン原子を示す。)

で表されるスルホニル化合物を、20℃における誘電率が8以下の有機溶媒中で反応させることを特徴とする、一般式 (III)

【化 3】



(式中、 R^1 は水素原子、メチル基又は CF_3 基、 R^2 は炭素数1～10のアルキル基、フェニル基、アルキルフェニル基、又は CF_3 基、Yは炭素数1～10のアルキル基、ハロゲン原子、水酸基又は2つのYが一緒になって形成された $=\text{O}$ を示す。また、複数のYは同じでもよく、異なっているもよい。kは0～14の整数を示し、m、nは独立に、0～4の整数を示す。)

で表される構造を有することを特徴とするアダマンタン誘導体の製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】アダマンタン誘導体の製造方法

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、アダマンタン誘導体の製造方法に関し、さらに詳しくは、フォトリソグラフィ分野における感光性樹脂などの機能性樹脂のモノマーとして有用なアルキルスルホニルオキシ置換アダマンチル（メタ）アクリレート類を効率よく製造する方法に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

アダマンタンは、シクロヘキサン環が4個、カゴ形に縮合した構造を有し、対称性が高く、安定な化合物であり、その誘導体は、特異な機能を示すことから、医薬品原料や高性能工業材料の原料などとして有用であることが知られている。例えば光学特性や耐熱性などを有することから、光ディスク基板、光ファイバーあるいはレンズなどに用いることが試みられている（例えば、特許文献1および特許文献2参照）。

また、アダマンタンエステル類を、その酸感应性、ドライエッチング耐性、紫外線透過性などを利用して、フォトレジスト用樹脂原料として、使用することが試みられている（例えば、特許文献3参照）。

一方、近年、半導体素子の微細化が進むに伴い、その製造におけるリソグラフィ工程において、さらなる微細化が要求されており、したがって、KrF、ArFあるいはF₂エキシマレーザー光などの短波長の照射光に対応したフォトレジスト材料を用いて、微細パターンを形成させる方法が種々検討されている。そして、前記エキシマレーザー光などの短波長の照射光に対応できる新しいフォトレジスト材料の出現が望まれている。従来、水酸基を導入したモノマーは知られているが（例えば、特許文献4参照）、これまで知られていない機能性官能基をもったフォトレジスト材料が望まれている。

【0 0 0 3】

【特許文献1】特開平6-305044号公報

【特許文献2】特開平9-302077号公報

【特許文献3】特開平4-39665号公報

【特許文献4】特開昭63-33350号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 4】

本発明者らは、このような状況下で、先に、フォトリソグラフィ分野における機能性樹脂（感光性樹脂など）のモノマーおよびそのモノマーの中間体として有用な新規なメタンスルホニルオキシ置換アダマンチル（メタ）アクリレート類を見出した（特願2004-29034号明細書）。

しかしながら、この新規なメタンスルホニルオキシ置換アダマンチル（メタ）アクリレート類の製造工程において反応中に重合体が生成するので収率が低下し、また、その重合体を除去する工程が必要である上、該（メタ）アクリレート類の精製工程において生じる重合体の析出、装置への付着により、その精製に手間が掛かることなど、ハンドリングなどに問題があった。

本発明は、フォトリソグラフィ分野における感光性樹脂などの機能性樹脂のモノマーとして有用なアダマンタン誘導体であるアルキルスルホニルオキシ置換（メタ）アダマンチルアクリレート類を、ハンドリングなどに問題なしに、かつ収率よく製造する方法を提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 5】

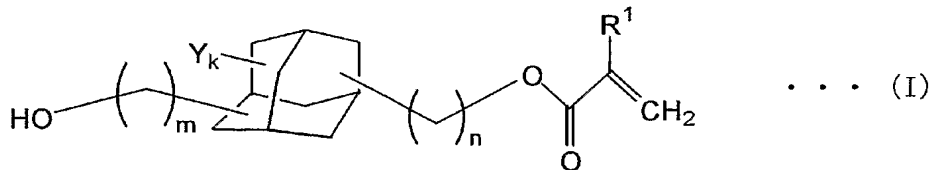
本発明者らは、前記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、該アルキルスルホニルオキシ置換アダマンチル（メタ）アクリレート類の原料となるアダマンタン化合物とスルホニル化合物とを低誘電率の有機溶媒中で反応させることにより、高収率で目的の（メ

タ) アクリレート類を製造でき、また、重合体の生成も抑制できるのでハンドリングの面においても改善されることを見出した。本発明は、かかる知見に基づいて完成したものである。

すなわち、本発明は、一般式 (I)

【0006】

【化1】



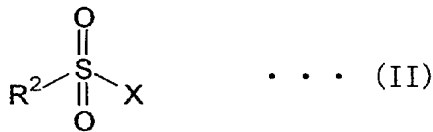
【0007】

(式中、 R^1 は水素原子、メチル基又は CF_3 基、Yは炭素数1～10のアルキル基、ハロゲン原子、水酸基又は2つのYが一緒になって形成された $=\text{O}$ を示す。また、複数のYは同じでもよく、異なってもよい。kは0～14の整数を示し、m、nは独立に、0～4の整数を示す。)

で表されるアダマンタン化合物と、一般式 (II)

【0008】

【化2】



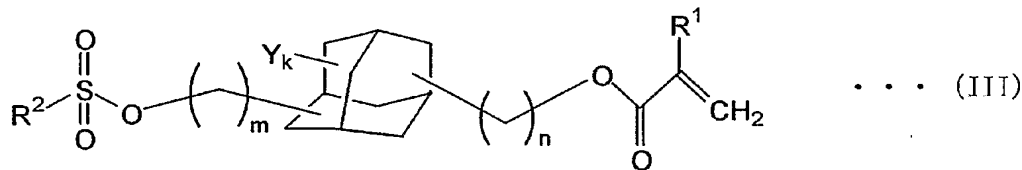
【0009】

(式中、 R^2 は炭素数1～10のアルキル基、フェニル基、アルキルフェニル基、又は CF_3 基を示し、Xは水酸基又はハロゲン原子を示す。)

で表されるスルホン化合物を、20℃における誘電率が8以下の有機溶媒中で反応させることを特徴とする、一般式 (III)

【0010】

【化3】



【0011】

(式中、 R^1 は水素原子、メチル基又は CF_3 基、 R^2 は炭素数1～10のアルキル基、フェニル基、アルキルフェニル基、又は CF_3 基、Yは炭素数1～10のアルキル基、ハロゲン原子、水酸基又は2つのYが一緒になって形成された $=\text{O}$ を示す。また、複数のYは同じでもよく、異なってもよい。kは0～14の整数を示し、m、nは独立に、0～4の整数を示す。)

で表される構造を有することを特徴とするアダマンタン誘導体の製造方法を提供する。

【発明の効果】

【0012】

本発明の方法により製造されるアダマンタン誘導体であるアルキルスルホニルオキシ置換アダマンチル（メタ）アクリレート類は、フォトリソグラフィ分野における感光性樹脂などの機能性樹脂のモノマーとして有用である。また、レジスト剤混合液の一成分である P A G（光酸発生剤）との相溶性が向上すると考えられ、均質な膜を作ることができ、それにより露光後の表面荒れ（L E R：レジストの側面にできる凹凸、L W R：配線を真上から見た場合のうねり）の改善効果が期待できる。

また、本発明の方法により、該アダマンタン誘導体を高収率で製造することができ、重合体の生成が抑制できるのでハンドリングの面においても改善され、効率よく工業的に有利に製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

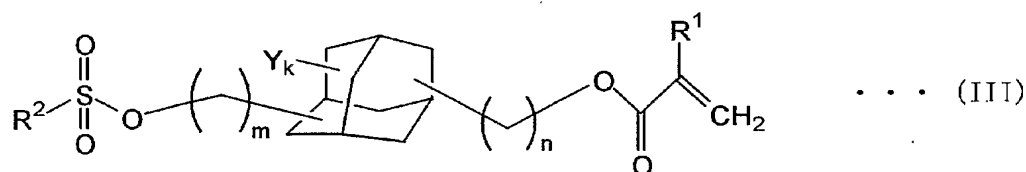
【0013】

本発明の方法により製造されるアダマンタン誘導体は、一般式（III）で表される化合物であり、以下、その化合物及び製造方法について説明する。

まず、本発明の方法により製造されるアダマンタン誘導体は、一般式（III）

【0014】

【化4】



【0015】

で表される構造を有するアルキルスルホニルオキシ置換アダマンチル（メタ）アクリレート類である。

上記一般式（III）において、 R^1 は水素原子、メチル基又は CF_3 基、 R^2 は炭素数1～10のアルキル基、フェニル基、アルキルフェニル基、又は CF_3 基、Yは炭素数1～10のアルキル基、ハロゲン原子、水酸基又は2つのYが一緒になって形成された $=O$ を示す。また、複数のYは同じでもよく、異なってもよい。kは0～14の整数を示し、m、nは独立に、0～4の整数を示す。なお、mが0の場合およびnが0の場合は、アダマンチル基に酸素が直結した構造を示す。

上記において、炭素数1～10のアルキル基として、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基を挙げることができ、これらは直鎖状、分岐状いずれでもよい。アルキルフェニル基としては、メチルフェニル基、エチルフェニル基、プロピルフェニル基などを挙げることができ、ハロゲン原子として、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素を挙げることができる。

【0016】

前記一般式（III）で表されるアダマンタン誘導体として、例えば、3-メタンスルホニルオキシ-1-アダマンチル メタクリレート、3-メタンスルホニルオキシ-1-アダマンチル アクリレート、3-メタンスルホニルオキシ-1-アダマンチル 2-トリフルオロメチルアクリレート、1-メタンスルホニルオキシ-4-アダマンチル メタクリレート、1-メタンスルホニルオキシ-4-アダマンチル アクリレート、1-メタンスルホニルオキシ-4-アダマンチル 2-トリフルオロメチルアクリレート、3-メタンスルホニルオキシメチル-1-アダマンチルメチル メタクリレート、3-メタンスルホニルオキシメチル-1-アダマンチルメチル アクリレート、3-メタンスルホニルオキシメチル-1-アダマンチルメチル 2-トリフルオロメチルアクリレート、3-メタンスルホニルオキシパーフルオロ-1-アダマンチル メタクリレート、3-メタンスルホニルオキシパーフルオロ-1-アダマンチル アクリレートなどを挙げることができる。

【0017】

次に、本発明のアダマンタン誘導体の製造方法について説明する。

即ち、本発明の製造方法では、前記一般式 (I) で表されるアダマンタン化合物と、前記一般式 (II) で表されるスルホニル化合物を反応させることにより行われる。

原料の一般式 (I) で表されるアダマンタン化合物として、例えば、3-ヒドロキシ-1-アダマンチル メタクリレート、3-ヒドロキシ-1-アダマンチル アクリレート、3-ヒドロキシ-1-アダマンチル 2-トリフルオロメチルアクリレート、1-ヒドロキシ-4-アダマンチル メタクリレート、1-ヒドロキシ-4-アダマンチル アクリレート、1-ヒドロキシ-4-アダマンチル 2-トリフルオロメチルアクリレート、3-ヒドロキシメチル-1-アダマンチルメチル メタクリレート、3-ヒドロキシメチル-1-アダマンチルメチル アクリレート、3-ヒドロキシメチル-1-アダマンチルメチル 2-トリフルオロメチルアクリレート、3-ヒドロキシ-パーフルオロ-1-アダマンチル メタクリレート、3-ヒドロキシ-パーフルオロ-1-アダマンチル アクリレートなどのヒドロキシル基含有アダマンチルアクリレート類を挙げることができる。

また、一般式 (II) で表されるスルホニル化合物は、反応性の点から、Xが水酸基よりもハロゲン原子のものが好ましく、特に工業的な面で塩素原子であるものが好ましい。該スルホニル化合物としては、例えばメタンスルホニルクロライド、エタンスルホニルクロライド、プロパンスルホニルクロライド、p-トルエンスルホニルクロライド、トリフルオロメタンスルホニルクロライドなどを挙げられるが、これらの中メタンスルホニルクロライドが好ましい。

アダマンタン化合物とスルホニル化合物の仕込み比は、アダマンタン化合物 1 モルに対してスルホニル化合物が 1 ~ 1.5 モルの範囲が好ましい。

【0018】

この反応において、一般に触媒として塩基が使用される。塩基として、ナトリウムアミド、トリエチルアミン、トリブチルアミン、トリオクチルアミン、ピリジン、N, N-ジメチルアニリン、1, 5-ジアザビシクロ [4. 3. 0] ノネン-5 (DBN)、1, 8-ジアザビシクロ [5. 4. 0] ウンデセン-7 (DBU)、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水素化ナトリウム、炭酸カリウム、酸化銀、ナトリウムメトキシド、カリウムt-ブトキシド等を挙げることができる。これらの触媒は、一種を単独で用いてもよく、二種以上を組み合わせ用いてもよい。

【0019】

本発明においては、上記反応の溶媒として 20℃における誘電率が 8 以下の有機溶媒を使用する。このような低誘電率の溶媒を用いることにより、高収率で目的のアルキルスルホニルオキシ置換アダマンチル (メタ) アクリレート類を製造できると共に、重合体の生成も抑制できるので、ハンドリングの面においても改善される。この溶媒として、原料アダマンタン化合物の溶解度が、反応温度において、0.5 質量%以上、望ましくは 5 質量%以上のものが好適に用いられる。

このような溶媒としては、具体的には、トルエン、n-ヘキサン、n-ヘプタン、シクロヘキサン等の炭化水素系溶媒、酢酸エチルなどのエステル系溶媒および、これらの溶媒と、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル系溶媒との混合溶媒を挙げることができる。これらの溶媒は、一種を単独で用いてもよく、二種以上を混合して用いてもよい。溶媒量は反応混合物中の原料アダマンタン化合物の濃度が 0.5 質量%以上、望ましくは 5 質量%以上となる量が好適である。この際、原料アダマンタン化合物が懸濁状態でもよいが、溶解していることが望ましい。また、使用前に溶媒中の水分を取り除くことが望ましい。

【0020】

反応温度は、通常、-200 ~ 100℃、好ましくは -50 ~ 50℃の範囲である。この温度範囲であれば、反応速度が低下することなく、反応時間が長くなり過ぎることなく、また、重合物の副生が増加することもない。

反応圧力は、通常、絶対圧力で 0.01 ~ 10 MPa、好ましくは常圧 ~ 1 MPa の範

囲である。この圧力の範囲であれば、特別な耐圧の装置は必要ではなく、安全上の問題がなく、工業的に有利である。

反応時間は、通常、1分～24時間、好ましくは5分～6時間の範囲である。

【0021】

具体的な製造方法としては、原料のアダマンタン化合物とスルホニル化合物を上記の低誘電率の有機溶媒中、塩基存在下で反応させ、反応後、水洗により塩を除き、その後、晶析により、アルキルスルホニルオキシ置換アダマンチル（メタ）アクリレート類を分離する。

目的とする反応生成物の精製については、蒸留、晶析、カラム分離などが採用可能であり、生成物の性状と不純物の種類により精製方法を選択すればよい。

なお、得られた化合物の同定は、ガスクロマトグラフィー（GC）、液体クロマトグラフィー（LC）、ガスクロマトグラフィー質量分析（GC-MS）、核磁気共鳴分光法（NMR）、赤外分光法（IR）、融点測定装置などを用いて行うことができる。

【実施例】

【0022】

次に、本発明を実施例により、さらに詳細に説明するが、本発明は、これらの例によってなんら限定されるものではない。

なお、溶媒の誘電率の値については、有機合成化学協会編 新版 溶剤ポケットブック（オーム社）および浅原照三ら 溶剤ハンドブック（講談社サイエンティフィク）よりの数値、混合溶媒（実施例5）の誘電率については加成則により算出した数値である。

【0023】

実施例1

200 mLのガラス反応器に攪拌装置、滴下漏斗および温度計を取り付け、ここにアダマンテートHM（出光興産製：3-ヒドロキシ-1-アダマンチルメタクリレート）10.0 g（42ミリモル）、トリエチルアミン8.8 mL（63ミリモル）およびトルエン84.0 mLを加え、25℃の水浴に漬け攪拌した。ここにメタンスルホニルクロライド4.0 mL（50ミリモル）を35分かけて滴下した。その後さらに25分間攪拌した。そこに水10 mLを加え、未反応のメタンスルホニルクロライドを失活させた。反応液の一部をとりGPC測定を行い目的物と重合体の生成割合を測定した。残りの反応液を200 mLの分液漏斗に移し、水40 mLを加えて水洗し、その後有機層を1ミリモル/mL塩酸50 mLで洗浄し、次いで水50 mLで洗浄した。この分液操作の過程でポリマーが析出することはなかった。無水硫酸マグネシウム6.0 g（50ミリモル）を加え、脱水した後、濾過により硫酸マグネシウムを除去した。濾液をエバポレーターに付し、トルエンを留去した後、得られた粘ちょう物を0℃に冷却し、結晶化させた。これを少量のn-ヘキサンで洗浄した後、結晶を濾過により分け、恒量になるまで減圧乾燥させ目的物のアダマンタン誘導体（3-メタンスルホニルオキシ-1-アダマンチルメタクリレート）を得た。原料のアダマンタン化合物に対する目的物の収率（モル%）およびガスクロマトグラフィーによる純度（質量%）、GPC測定による重合体生成割合（質量%）の結果を第1表に示す。

【0024】

比較例1

200 mLのガラス反応器に攪拌装置、滴下漏斗および温度計を取り付け、ここにアダマンテートHM（出光興産製：3-ヒドロキシ-1-アダマンチルメタクリレート）10.0 g（42ミリモル）、トリエチルアミン8.8 mL（63ミリモル）およびテトラヒドロフラン84 mLを加え、25℃の水浴に漬け攪拌した。ここにメタンスルホニルクロライド4.0 mL（50ミリモル）を35分かけて滴下した。その後さらに25分間攪拌した。そこに水10 mLを加え、未反応のメタンスルホニルクロライドを失活させた。反応液の一部をとりGPC測定を行い目的物と重合体の生成割合を測定した。残りの反応液を300 mLの分液漏斗に移し、ジエチルエーテル100 mL、水40 mLを加えて水洗した。その時、ポリマーが析出し分液漏斗に付着、また有機層と水層の分離の際に分液漏斗

のcockがポリマーにより詰まり、分液に手間がかかった。その後有機層を1ミリモル/mL塩酸50mLで洗浄し、次いで水50mLで洗浄した。無水硫酸マグネシウム6.0g(50ミリモル)を加え、脱水した後、濾過により硫酸マグネシウムを除去した。濾液をエバポレーターに付し、溶媒を留去した後、得られた粘ちょう物を0℃に冷却し、結晶化させた。これを少量のn-ヘキサンで洗浄した後、結晶を濾過により分け、恒量になるまで減圧乾燥させ目的物を得た。目的物の収率およびガスクロマトグラフィーによる純度、GPC測定による重合体生成割合の結果を第1表に示す。

【0025】

実施例2

200mLのガラス反応器に攪拌装置、滴下漏斗および温度計を取り付け、ここにアダマンテートHM(出光興産製:3-ヒドロキシ-1-アダマンチルメタクリレート)10.0g(42ミリモル)、トリエチルアミン8.8mL(63ミリモル)およびトルエン42mLを加え、攪拌しながら氷浴で5℃に冷却した。ここにメタンスルホニルクロライド4.0mL(50ミリモル)を3分かけて滴下した。その後さらに5分間攪拌した。そこに水10mLを加え、未反応のメタンスルホニルクロライドを失活させた。反応液の一部をとりGPC測定を行い目的物と重合体の生成割合を測定した。残りの反応液を200mLの分液漏斗に移し、水40mLを加えて水洗し、その後有機層を1ミリモル/mL塩酸50mLで洗浄し、次いで水50mLで洗浄した。この分液操作の過程でポリマーが析出することはなかった。無水硫酸マグネシウム6.0g(50ミリモル)を加え、脱水した後、濾過により硫酸マグネシウムを除去した。濾液をエバポレーターに付し、トルエンを留去した後、得られた粘ちょう物を0℃に冷却し、結晶化させた。これを少量のn-ヘキサンで洗浄した後、結晶を濾過により分け、恒量になるまで減圧乾燥させ目的物を得た。目的物の収率およびガスクロマトグラフィーによる純度、GPC測定による重合体生成割合の結果を第1表に示す。

【0026】

実施例3

実施例2においてトルエン42mLを84mLに変えた以外は実施例2と同様にして目的物を得た。分液の過程でポリマーが析出することはなかった。目的物の収率およびガスクロマトグラフィーによる純度、GPC測定による重合体生成割合の結果を第1表に示す。

【0027】

実施例4

実施例2においてトルエンを酢酸エチルに変えた以外は実施例2と同様にして目的物を得た。分液の過程でポリマーが析出することはなかった。目的物の収率およびガスクロマトグラフィーによる純度、GPC測定による重合体生成割合の結果を第1表に示す。

【0028】

実施例5

実施例2においてトルエンをシクロヘキサン22mLとテトラヒドロフラン22mLの混合溶媒に変えた以外は実施例2と同様にして目的物を得た。分液の過程でポリマーが析出することはなかった。目的物の収率およびガスクロマトグラフィーによる純度、GPC測定による重合体生成割合の結果を第1表に示す。

【0029】

比較例2

200mLのガラス反応器に攪拌装置、滴下漏斗および温度計を取り付け、ここにアダマンテートHM(出光興産製:3-ヒドロキシ-1-アダマンチルメタクリレート)10.0g(42ミリモル)、トリエチルアミン8.8mL(63ミリモル)およびテトラヒドロフラン42mLを加え、攪拌しながら氷浴で5℃に冷却した。ここにメタンスルホニルクロライド4.0mL(50ミリモル)を3分かけて滴下した。その後さらに5分間攪拌した。そこに水10mLを加え、未反応のメタンスルホニルクロライドを失活させた。反応液の一部をとりGPC測定を行い目的物と重合体の生成割合を測定した。残りの反応液

を 3 0 0 m L の分液漏斗に移し、ジエチルエーテル 1 0 0 m L、水 4 0 m L を加えて水洗した。その時、ポリマーが析出し分液漏斗に付着した。その後有機層を 1 ミリモル / m L 塩酸 5 0 m L で洗浄し、次いで水 5 0 m L で洗浄した。無水硫酸マグネシウム 6 . 0 g (5 0 ミリモル) を加え、脱水した後、濾過により硫酸マグネシウムを除去した。濾液をエバポレーターに付し、溶媒を留去した後、得られた粘ちょう物を 0 ℃ に冷却し、結晶化させた。これを少量の n - ヘキサンで洗浄した後、結晶を濾過により分け、恒量になるまで減圧乾燥させ目的物を得た。目的物の収率およびガスクロマトグラフィーによる純度、G P C 測定による重合体生成割合の結果を第 1 表に示す。

【 0 0 3 0 】

比較例 3

実施例 2 においてトルエンを塩化メチレンに変えた以外は実施例 2 と同様にして目的物を得た。分液の過程でポリマーが析出した。目的物の収率およびガスクロマトグラフィーによる純度、G P C 測定による重合体生成割合の結果を第 1 表に示す。

【 0 0 3 1 】

【表 1】

第1表

	実施例1	比較例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例2	比較例3
溶媒使用量 (mL)								
トルエン	84		42	84				
シロキサン						22		
酢酸エチル					42			
テトラヒドロフラン		84				22	42	
塩化メチレン								42
溶媒の誘電率	2.2	8.2	2.2	2.2	6.0	5.1	8.2	9.1
反応方法	実施例1	比較例1	実施例2	実施例2	実施例2	実施例2	比較例2	実施例2
浴温度 (°C)	25	25	5	5	5	5	5	5
滴下時間 (min)	35	35	3	3	3	3	3	3
後攪拌時間 (min)	25	25	5	5	5	5	5	5
アタマンタ誘導体 (目的物)								
収率 (モル%)	95	66	94	96	95	95	90	86
純度 (質量%)	99.0	98.3	99.1	99.4	98.9	98.9	97.7	94.8
重合体の生成割合 (質量%)	0.4	28.8	0.6	0.3	2.2	1.9	4.4	8.3

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 フォトリソグラフィ分野における感光性樹脂などの機能性樹脂のモノマーとして有用なアダマンタン誘導体であるアルキルスルホニルオキシ置換アダマンチル（メタ）アクリレート類を、ハンドリングなどに問題なしに、収率よく製造する方法を提供する。

【解決手段】 該アダマンタン誘導体の原料となるアダマンタン化合物とスルホニル化合物とを、20℃における誘電率が8以下の有機溶媒中で反応させる。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 4 - 2 9 6 5 4 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 8 3 6 4 6]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区丸の内 3 丁目 1 番 1 号

氏 名

出光興産株式会社